

70428

川崎製鉄 技術研究所 鶴岡一夫 ○安部忠広  
日本電子 EC班 加藤 峻

1. 緒言

最近、電子計算機技術の進歩とともに、X線測定分野にも電子計算機が応用されるようになってきた。筆者らは、従来煩雑な手数と人力を要していたX線回折による微量成分の定量分析を主目的としたオンラインシステムを確立した。

2. システム

電子計算機は日本電子製JEC-5型(記憶容量4K、磁気フェライトコア)で、8Kの磁気ドラムを付属させている。また使用しているX線装置は、手持ちの理学電機製X線デフラクトメーター(検出器はシンチレーションカウンター)で、そのゴニオメーターは、繰返し積算のための往復運動およびステップスキャンが、電子計算機で自動制御できるように改造した。

システムのブロックダイアグラムを図1に示す。この電子計算機はA-D, D-A変換器を1回路ずつ内蔵しているので、アナログ量を入力信号とすることは簡単であるが、精度、割込み、などを考慮してデジタル信号を入力信号としている。なおこの場合、回折図形も同時に記録できるようにしている。突発的な変動あるいは事故などのチェックができる。

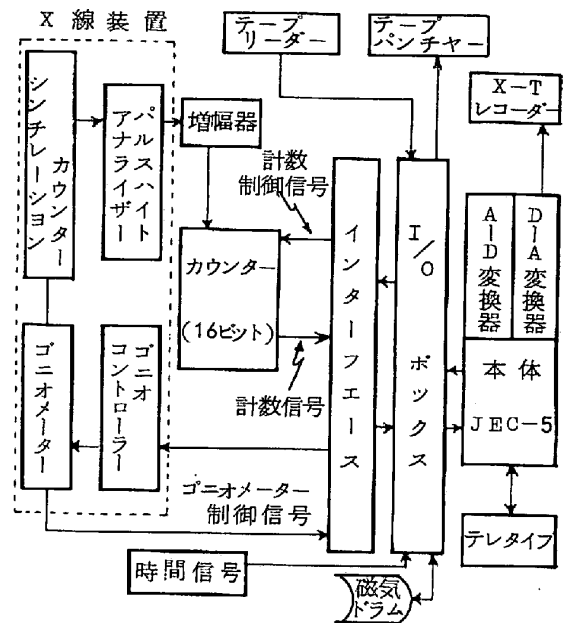


図1 ブロックダイアグラム

また本電子計算機は、従来の多くの方法のようにその装置の専用機として使用するだけでなく、技術計算はもちろん、目的の異なつた複数のX線装置をオンラインで同時処理させるよう計画しており、現在最も手数のかかる極点図装置との接合を行なっている。

3. 残留オーステナイトの定量

X線デフラクトメーターによる残留オーステナイトの定量分析は広く用いられており、その原理はよく知られている。しかしオーステナイトの量が少ないときには、一般にステップスキャンによる定時間積分方式が採用されるので、普通の装置を使用すると長時間を要し、オペレーターに相当の負担がかかる。本システムでは、まず微弱な回折ピークを統計的に強調するために、設定した回折角度間を繰返し積算またはステップスキャン方式で自動的にデータを採取するが、繰返し積算の場合には、一走査方向の測定、高速反転、バックラッシュ除去という考慮が払われており、サンプリング間隔・積算回数は任意に設定できる。一方ステップスキャンの場合には、角度間隔および測定時間をX線装置に設定された範囲内で任意に選べる。次に電子計算機はあらかじめ指定された角度範囲で、バックグラウンドを二次回帰式で求める。そして測定データからこのバックグラウンドを消去し、測定格子面の積分強度を計算する。このとき必要に応じて内蔵しているD-A変換器と付属のレコーダーで、チャート上に回折図形を画くこともできる。前述のようにして所定の各格子面の積分強度が求めれば、ただちに、あらかじめ計算された格子常数・理論的基本数値を用いて定量計算をし、その結果をタイプアウトする。このとき、測定した各回折積分強度をそれぞれ独立に組合せた数組の定量結果が得られるようにしている。異方性の有無が容易に調べられる。異方性を有する試料については、測定格子面の数を増やして補正するが、この点については別に報告する予定である。

1) たとえば、カリテイ : X線回折要論 など